

Tata pengukuran disesuaikan kadar sianida dalam limbah

RANCANGAN
STANDARD NASIONAL INDONESIA
SPU 0 **32** 1994

**TATA PENGUKURAN DISESUAIKAN KADAR SIANIDA
DALAM AIR LIMBAH**

DEPARTEMEN PERTAMBANGAN DAN ENERGI
DIREKTORAT JENDERAL PERTAMBANGAN UMUM
1994

LATAR BELAKANG

Senyawa sianida termasuk Bahan Berbahaya dan Beracun (B3). Di bidang pertambangan senyawa ini umum dipakai pada pengolahan bijih emas secara sianidasi. Mengingat senyawa sianida ini sangat beracun, maka penetapan pengukuran kadar sianida dalam air limbah perlu dibakukan.

Mengingat ada beberapa tata pengukuran kadar sianida, maka tata pengukuran kadar sianida dalam air limbah perlu dibakukan.

Standar ini mengacu kepada :

1. APHA AWWA WPCF, 1985, 16th ed, *Standar Methods for the Examination of Water and Waste Water*.
2. Approved for NPDES, issued 1974.

DAFTAR ISI

	Halaman
1. RUANG LINGKUP	1 dari 4
2. DEFINISI	1 dari 4
3. ALAT PELINDUNG DIRI	1 dari 4
4. CARA PENGAMBILAN DAN PENYIMPANAN PERCONTOH	1 dari 4
5. PERALATAN	1 dari 4
6. PEREAKSI	2 dari 4
7. PROSEDUR ANALISIS	2 dari 4

TATA PENGUKURAN DISESUAIKAN KADAR SIANIDA DALAM AIR LIMBAH

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, alat pelindung diri peralatan yang digunakan, cara pengambilan dan pengawetan percontoh bahan kimia, peralatan yang digunakan bahan kimia, dan prosedur analisis untuk menentukan kadar air.

2. DEFINISI

Tata pengukuran kadar sianida dalam air limbah adalah suatu cara analisis yang menggunakan metode titrimetrik dan spektrofotometrik dari air limbah proses pengolahan bijih emas secara sianidasi.

3. ALAT PELINDUNG DIRI

Alat pelindung diri yang memenuhi standar keselamatan meliputi sarung tangan karet dan jas laboratorium.

4. CARA PENGAMBILAN DAN PENYIMPANAN PERCONTOH

- 4.1. Ambil percontoh air limbah dengan alat pengambil percontoh air (water sampler)
- 4.2. Masukkan percontoh kedalam jerigen plastik atau botol gelas yang berukuran 1 liter atau lebih yang sudah bersih dan sudah dibilas.
- 4.3. Tambahkan 2 ml NaOH 10 N sebagai bahan pengawet dalam 1 liter contoh.
- 4.4. Analisa percontoh secepatnya setelah pengambilan. Jika penyimpanan diperlukan, simpan percontoh di dalam lemari es pada suhu 4° C.

5. PERALATAN

1. Alat destilasi terdiri dari :
 - labu destilasi 1 l
 - tabung pemasukan
 - kondensor
 - absorber
 - pemanas
 - pompa vakum
 - tubemeyer
 - pH meter

2. Buret mikro 5 ml
3. Spektrofotometer dengan kuvetnya
4. Labu ukur 50 ml dan 250 ml
5. pipet 10 ml
6. pipet 25 ml.

6. PEREAKSI

1. Larutan natrium hidroksida (NaOH) 1,25 N
2. Larutan natrium hidroksida (NaOH) 0,25 N
3. Asam sulfat pekat (H_2SO_4)
4. Larutan natrium mono hidrogen fosfat ($NaHPO_4$)
5. Larutan standar sianida 1000 ppm
6. Larutan standar sianida 50 ppm
7. Larutan standar sianida 5 ppm
8. Larutan standar $AgNO_3$
9. Indikator rhodamine
10. Larutan kloramine T.
11. Larutan piridin-asam barbiturik
 - Larutan 6 gr asam barbiturik dalam sedikit air suling agar homogen, tambah 30 ml piridine kemudian dikocok tambahkan 6 ml HCl pekat dan masukkan kedalam labu ukur 100 ml. Tambah air suling sampai tanda batas. Jika bahan-bahan kimia tersebut belum seluruhnya larut, kocok dengan pengaduk magnetit (magnetic stirer) sampai seluruh bahan kimia larut.
12. Larutan magnesium klorida ($MgCl_2$).

7. PROSEDUR ANALISIS

Prosedur analisis ini meliputi analisis dengan cara titrimetrik (untuk kadar sianida lebih besar dari 1 %) dan analisis dengan cara spektrofotometrik (untuk kadar sianida kurang dari 1 %).

7.1. Cara Spektrofotometri

- 7.1.1. Tempatkan 500 ml percontoh atau percontoh yang sudah diencerkan sampai 500 ml ke dalam labu destilasi 1 l.
- 7.1.2. Tambahkan 50 ml larutan NaOH 1,25 N kedalam tabung absorber.
- 7.1.3. Susun alat destilasi seperti pada gambar.
- 7.1.4. Panaskan percontoh perlahan-lahan, pasang pompa vakum sehingga timbul gelembung udara dari tabung pemasukan dengan kecepatan 1 gelembung per detik.

.....
tabung pemasukan. Setelah 3 menit masukan 20 ml larutan $MgCl_2$ melalui tabung pemasukan, bilas dengan air suling.

- 7.1.6. Refluks selama 1 jam setelah larutan dalam labu destilasi mendidih.
- 7.1.7. Matikan pemanas, tunggu 15 menit, setelah labu destilasi dingin penyambung absorber dibilas dan kemudian diangkat dari alat destilasi.
- 7.1.8. Pindahkan larutan pada tabung absorpsi kedalam labu ukur 250 ml, bilas dan encerkan dengan air suling sampai tanda batas.
- 7.1.9. Ambil 25 ml percontoh hasil destilasi dengan pipet lalu masukan ke dalam labu ukur (50 ml).
- 7.1.10. Tambahkan ke dalam larutan percontoh tersebut 7,5 ml $NaHPO_4$ kemudian kocok.
- 7.1.11. Tambahkan 1 ml larutan kloramine T ke dalamnya, kemudian kocok.
- 7.1.12. Masukkan 2,5 ml larutan asam barbiturik piridine ke dalam larutan setelah 1 - 2 menit, kemudian kocok.
- 7.1.13. Encerkan dengan air suling hingga tanda batas.
- 7.1.14. Ukur absorbannya pada panjang gelombang 578 nm.
- 7.1.15. Buat deret standar dan tambahkan berbagai pelarut seperti pada percontoh.
- 7.1.16. Perhitungan :

$$\text{Kadar CN (mg/l)} = \frac{A \times 1000 \times 50}{B \times C}$$

Keterangan :

A adalah kadar CN dalam mg/l yang dibaca dari kurva standar

B adalah volume percontoh asli (ml) yang didestilasi

C adalah volume percontoh (ml) diambil untuk dianalisis dengan spektrofotometer.

7.2. Cara titrimetrik

7.2.1. Lakukan prosedur 7.1.1 s/d 7.1.8

7.2.2. Pipet 50 ml percontoh hasil destilasi, masukkan kedalam labu Erlenmeyer 250 ml.

7.2.3. Ukur pH-nya, jika kurang dari 12 tambahkan NaOH sehingga pH-nya 12

7.2.4. Tambahkan indikator rhodamine beberapa tetes.

7.2.5. Titrasi dengan larutan $AgNO_3$, sampai terjadi perubahan dari warna kuning menjadi jingga.

7.2.6. Perhitungan :

$$\text{CN (mg/l)} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{percontoh asal (ml)}} \times \frac{250}{\text{larutan penitrasi (ml)}}$$

Keterangan :

A adalah volume AgNO_3 yang dipakai untuk titrasi percontoh

B adalah volume AgNO_3 yang dipakai untuk titrasi blangko.



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id